# Bedienungsanleitung

Version: 01/03/13




## *Sedimat 4-12*

Laborautomat zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung
in Mineralböden nach DIN ISO 11277
an 12 Proben mit 4 Fraktionen




# Inhalt

## 1. Grundlagen der Bestimmung der Korngrößenverteilung

Die Bestimmung der Massenanteile mineralischer Korngrößenfraktionen in Mineralböden (organische Substanz < 10 % )dient zur exakten Bestimmung der Bodenart. Weiterhin ermöglicht die Kenntnis der Zusammensetzung der Korngrößenfraktionen Abschätzungen über das Speicher- und Austauchvermögen für Wasser, Nährstoffe oder Schadstoffe sowie Durchlüftung, Schrumpfverhalten oder Stabilität des Bodens. Diese Parameter entscheiden zum Beispiel über den Wasserhaushalt eines Bodens, über geeignete Nutzungsformen, über die landwirtschaftliche Eignung, über die Bearbeitbarkeit oder auch die Befahrbarkeit.

Sofern keine weiteren Angaben gemacht werden bezieht sich die Bodenart auf den Feinboden (Äquivalentkorndurchmesser < 2 mm). Der Anteil des Grobbodens wird lediglich als Zusatzinformation angegeben. Bei einem Anteil < 75 % des Grobbodens am Gesamtboden wird die Fraktion des Grobbodens statt der Bodenart angegeben. Der Feinboden wird in die Bodenarten Sand, Schluff und Ton unterteilt, die im Körnungsdreieck dargestellt werden können. Lehme enthalten alle drei Fraktionen in ähnlich großen Anteilen.

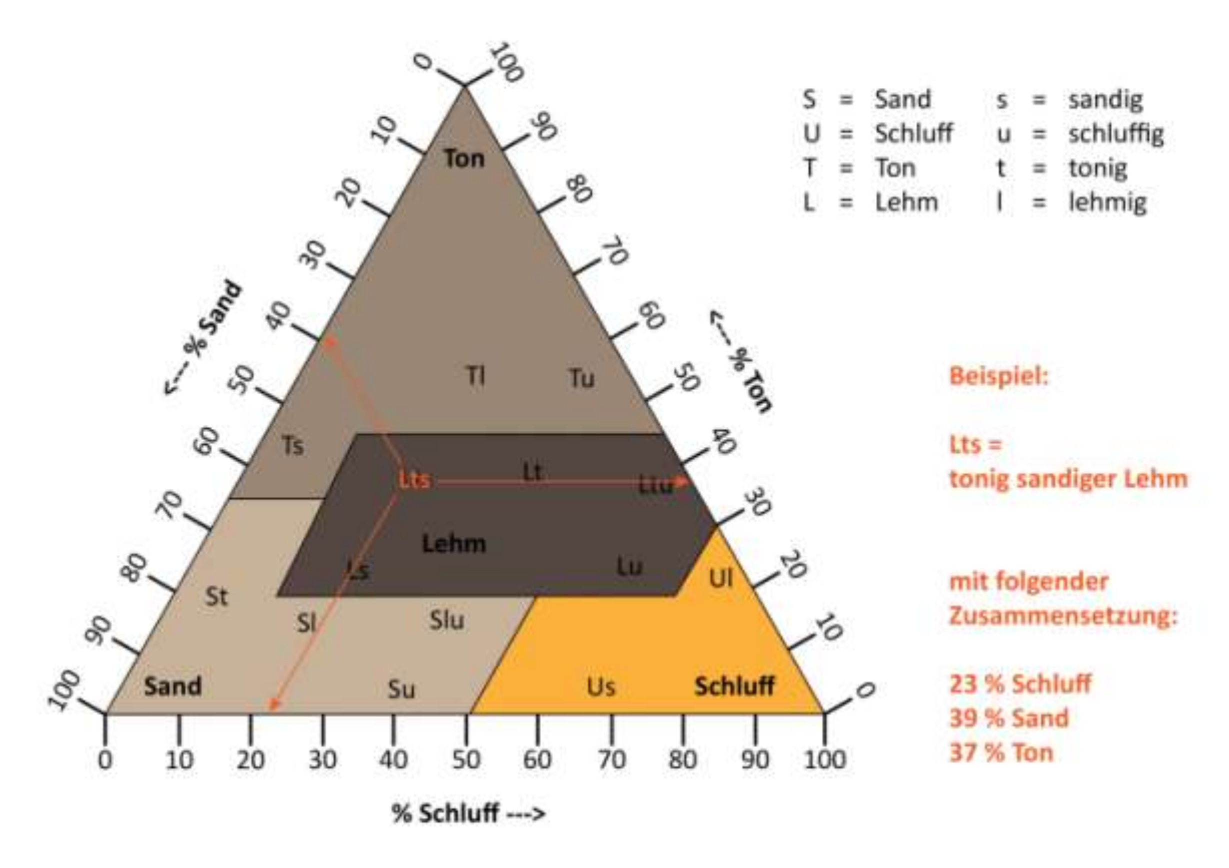



**Abbildung 1: Vereinfachte Darstellung des Körnungsdreiecks zur Veranschaulichung des Prinzips**

Jeder Boden kann entsprechend seiner Zusammensetzung als Punkt im Körnungsdreieck abgebildet werden. Die farbig abgesetzten Bereiche kennzeichnen die Zugehörigkeit des Bodens zu einer Bodenart entsprechend der Hauptfraktion. Dominiert eine Fraktion weniger stark wird die zweitstärkste Fraktion durch den Zusatz sandig, schluffig, tonig oder lehmig angegeben und durch ergänzende Kleinbuchstaben dargestellt.




Für den Einsatz im englischsprachigen Raum unterscheidet sich nicht nur die Nomenklatur, sondern auch die Fraktionsgrenzen und die Vorgaben zur Bestimmung. In Deutschland erfolgt die Bestimmung mittels Sieb- und Sedimentationsanalyse nach DIN ISO 11277 und die Festlegung der Bodenart entsprechend Bodenkundlicher Kartieranleitung nach DIN 4220. Im englischen Sprachraum verbreitet und international gebräuchlich ist die US-Soil Taxonomy und Versuchsdurchführung entsprechend ASTM in 2 Fraktionen.

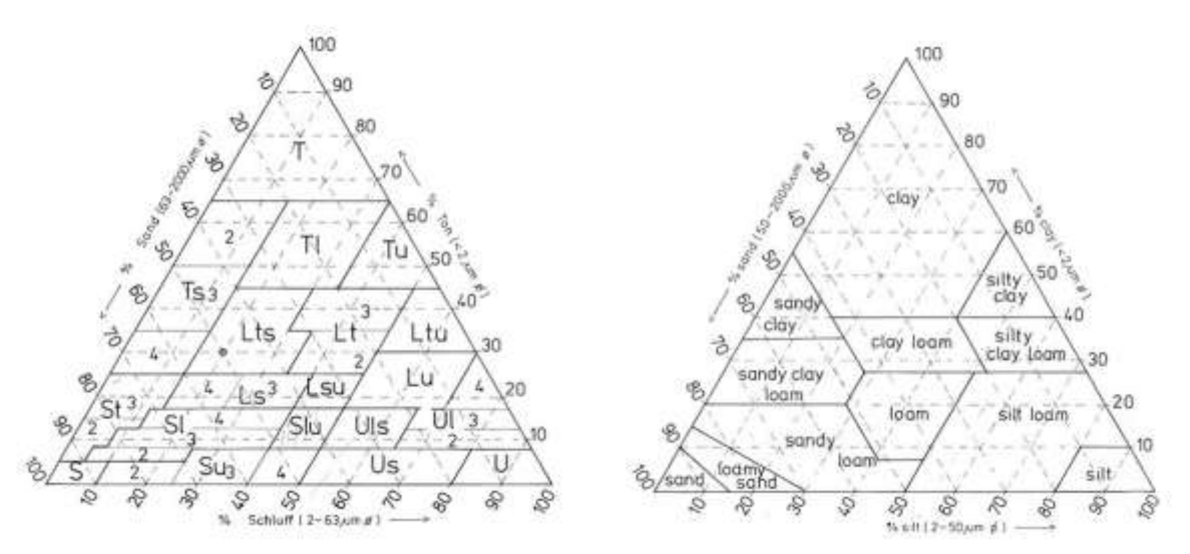



**Abbildung 2: Vergleich der Darstellung der Bodenarten des Feinbodens nach DIN 4220 (links) und US-Soil Taxonomy (rechts)**

Im Labor kann die Korngrößenzusammensetzung eines Bodens durch kombinierte Sieb- und Sedimentationsanalyse ermittelt werden. Der Sedimat 4-12 automatisiert hierfür die Durchführung der Sedimentationsanalyse für vier Fraktionen an bis zu 12 Proben gleichzeitig je nach Einstellung sowohl nach DIN ISO 11277 als auch nach ASTM.

## 2. Zubehör

- 12 Stück Messzylinder 1000ml, hohe Form, Sechskantfuß, Höhe 465mm
- 48 Stück Wägegläser 30ml, 50mm A∅
- 4 Stück Magazine für je 12 Wägegläser



## 3. Erforderliche Zusatzausrüstung für komplette Feinbodenanalyse

Labortechnik

| Beschreibung | Benötigt für: |
|---|---|
| Probenteiler | Probenvorbereitung allgemein |
| Labortrockenschrank | Probenvorbereitung allgemein; Versuchsauswertung |
| Überkopfschüttler | Probenvorbereitung allgemein; Entfernung löslicher Salze |
| Sieb Maschenweite 2 mm | Probenvorbereitung allgemein |
| Siebmaschine mit den benötigten Sieben von 0,63 mm, 0,2 mm und 0,063 mm Maschenweite zuzüglich einem Bezugssiebsatz | Probenvorbereitung allgemein |
| Feinwaage ±0,01 g | Probenvorbereitung allgemein; Versuchsauswertung |
| Analysenwaage ±0,0001 g | Probenvorbereitung allgemein; Versuchsauswertung |
| Zentrifugenflaschen, weithalsig mit flachem Boden, aus Polypropylen-Polymer (PP-Polymer)Volumen = 500 ml, wärmestabil bis 110 °C | Entfernen organischer Substanz |
| Zentrifuge, geeignet zur Aufnahme der Zentrifugenflaschen | Entfernen organischer Substanz |
| Wasserbad | Entfernen organischer Substanz |
| Gerät zur Messung der elektrischen Leitfähigkeit mit angeschlossener Leitfähigkeitsmesszelle | Bestimmung der Notwendigkeit zur Entfernung löslicher Salze |
| Exsikkator | Versuchsauswertung |

Reagenzien

| Beschreibung | Benötigt für: |
|---|---|
| Wasserstoffperoxid-Gebrauchslösung<br>➔ Wasserstoffperoxid mit Wasser im Verhältnis 1 + 1, gegebenenfalls 1 + 2 (V + V) verdünnen | Entfernen organischer Substanz |
| 2-Octanol | Entfernen organischer Substanz |
| Natriumdiphosphat-Gebrauchslösung, $c(Na_4P_2O_7)$ = 0,1 mol/l<br>➔ 26,6 g Natriumdiphosphat mit Wasser zu 1 l lösen. Die Lösung ist ohne besondere Ansprüche an die Lagerung ca. 1 Jahr haltbar. | Probenvorbereitung (als Dispergiermittel) |

# 4. Vorbereitung und Installation der Bodenproben, Füllen der Spülbäder

## 4.1. Vorbereitung der Proben

In Vorbereitung auf den Versuch wird die zu untersuchende Bodenprobe an der Luft oder im Labortrockenschrank bei maximal 40°C getrocknet und bei Bedarf schonend mechanisch grobzerkleinert. Anschließend wird die Gesamtbodenprobe durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 2 mm gedrückt um den Grobboden vom Feinboden zu trennen. Für eine Bodenprobe sollten danach noch mindestens 100 g Feinboden zur Verfügung stehen.

Den Feinboden komplett in einen Probenteiler überführen und die Probenmasse solange teilen, bis die Masse der Teilproben ca. 10 g beträgt. Für eine aussagekräftige Untersuchung müssen mindestens drei parallele Teilproben aus einer Bodenprobe erzeugt werden. Für die Analyse mit dem Sedimat sollte die maximale Probenanzahl von 13 Proben (12 Versuchsproben + 1 Probe zur Trockenmasseanteilsbestimmung) jedoch möglichst ausgenutzt werden um ein Maximum an Aussagekraft und Effektivität zu gewährleisten.

An einer der Teilproben wird der Trockenmasseanteil bestimmt. Diese kann nicht für die weitere Untersuchung genutzt werden. Die übrigen Parallelproben werden mit der Feinwaage gewogen und die Trockenmasse wird anhand des ermittelten Trockenmasseanteils berechnet.

Je nach Zusammensetzung der Bodenprobe sind weitere Vorbereitungsschritte nötig. Wenn der Boden mehr als 2 % organische Substanz enthält sollte diese zerstört werden. Für lösliche Salze wird bei einer Konzentration von mehr als 0,5 % deren Entfernung empfohlen.

### 4.1.1. Entfernen organischer Substanz aus den Teilproben

Die Probe in eine Zentrifugenflasche geben und 100 ml Wasserstoffperoxid-Gebrauchslösung portionsweise zufügen. Dabei die Reaktion beobachten und starke Reaktionen vor weiterer Zugabe abklingen lassen. Die Flasche leicht schwenken um Boden und Lösung zu mischen, mit einem Uhrglas abdecken (nicht dicht verschließen!) und über Nacht (etwa 14 h) bei Raumtemperatur stehen lassen.

Dann die Zentrifugenflasche in das Wasserbad stellen und auf 90 °C erwärmen, bis die Blasenbildung infolge Zersetzung des Wasserstoffperoxides aufgehört hat und der Boden nach visueller Einschätzung humusfrei (nicht mehr dunkel gefärbt) ist. Die Behandlung jedoch spätestens 24 h nach Beginn des Zusatzes des Wasserstoffperoxides (einschließlich Nachtpause) abbrechen. Die Probe während des Erhitzens beobachten. Sie darf nicht austrocknen und Boden darf nicht an der Gefäßwand antrocknen. Letzteres durch häufiges Abspülen mit Wasser verhindern. Starke Schaumbildung durch tropfenweise Zugabe von 2-Octanol unterbinden. Es darf kein Boden mit dem Schaum verloren gehen.

Anschließend die Bodensuspension mit Wasser auf ein Endvolumen von 150 bis 250 ml auffüllen. Die Zentrifugenflaschen in die Zentrifuge geben und 15 bis 20 min bei 3 000 $\times$ g zentrifugieren. Den Überstand dekantieren und den Rückstand nach intensivem Aufrühren mit Wasser waschen. Den Vorgang wiederholen, bis der Überstand weitgehend farblos ist. Dann die elektrische Leitfähigkeit (EC) der überstehenden Lösung mit dem Messgerät und der Leitfähigkeitszelle bestimmen. Wenn sie größer ist als 40 mS/m sollten vor der Sedimentationsanalyse im Sedimat 4-12 die löslichen Salze entfernt werden. Hierfür den Überstand dekantieren und entsprechend 4.1.2 verfahren. Wenn die elektrische Leitfähigkeit kleiner ist als

40 mS/m, den Überstand dekantieren und das Sediment ohne Trocknung der weiteren Vorbehandlung (ab 4.2) zuführen.

#### 4.1.2. Entfernen löslicher Salze

Lösliche Salze können die Dispergierung und Sedimentierung der Bodenpartikel stören. Wenn sie in einer Konzentration von mehr als 0,5 %, bestimmt durch Messung der elektrischen Leitfähigkeit (> 40 mS/m), enthalten sind, wird ihre Entfernung empfohlen.

Dazu der durch Teilung (4.1) erhaltenen und gegebenenfalls nach 4.1.1 behandelten Bodenprobe in der Zentrifugenflasche 200 ml Wasser zusetzen und diese 1 h über Kopf schütteln. Die Suspension zentrifugieren bis die überstehende Lösung klar ist. Die elektrische Leitfähigkeit dieser Lösung mit dem Messgerät bestimmen. Wenn sie unter 40 mS/m liegt, sind nur unwesentliche Mengen an löslichen Salzen enthalten, die Behandlung ist zu beenden.

Liegt die elektrische Leitfähigkeit des Überstandes über 40 mS/m, dann diesen dekantieren und den Waschvorgang wiederholen, bis ein EC-Wert < 40 mS/m vorliegt. Den Rückstand nach dem dekantieren des Überstandes ohne Trocknung der weiteren Vorbehandlung nach 4.2 zuführen.

### 4.2. Dispergieren

Der vorbehandelten und geteilten Probe25 ml Natriumdiphosphat-Lösung mit der Pipette zugeben. Die Bodenprobe durch kräftiges kreisendes schwenken gut durchfeuchten und über Nacht stehen lassen. Am nächsten Morgen ca. 200 ml Wasser zugeben und die Probe 6 h im Überkopfschüttler schütteln.

### 4.3. Nasssieben

Die Analyse mit dem Sedimat 4-12 wird nur für Feinbodenteilchen kleiner 0,063 mm durchgeführt. Die größeren Fraktionen werden durch Nasssiebung abgetrennt und bestimmt.

Hierfür die Siebe auf 0,01 g genau vorwiegen und dann in die Siebmaschine einsetzen. Für die Nasssiebung wird entionisiertes Wasser an die Siebmaschine angeschlossen. Das Siebprogramm sollte nach Möglichkeit so gewählt werden, dass die Fraktionen exakt getrennt sind aber nicht mehr als 765 ml Wasser verbraucht werden.

Die Suspension aus der Zentrifugenflasche quantitativ auf das oberste Sieb (Maschenweite = 0,63 mm) geben. Den Siebvorgang starten und den Siebdurchgang quantitativ auffangen. Das Sieben beenden, wenn der Siebdurchgang durch das unterste Sieb (Maschenweite = 0,063 mm) klar ist. Wird dieser Zustand bei dem vorgegebenen Wasserverbrauch nicht erreicht, ist weiter zu sieben. Der dabei anfallende Siebdurchgang wird in einem zweiten Gefäß aufgefangen. Anschließend sind die Suspensionen aus beiden Gefäßen wieder zusammenführen und in einen Messzylinder des Sedimat 4-12 zu überführen. Hierfür muss vorher überschüssiges Wasser eingedampft werden

Das Volumen von Suspension und Spülwasser soll exakt 1 000 ml betragen. Bei einer Suspensionsmenge unter 970 ml den Messzylinder mit Wasser auffüllen.

**Achtung!**

Proben mit einer Füllhöhe unter 970 ml vor Entnahme der ersten Fraktion werden vom Automaten ausgelassen!




Die Siebe mit dem Siebrückstand im Trockenschrank bei 105 °C trocknen, anschließend auf 0,01 g genau wiegen. Alternativ die Siebrückstände quantitativ in Wägeschalen überführen, bei 105 °C im Trockenschrank bis zur Massekonstanz trocknen und dann wiegen.

## 5. Installation der Bodenproben, Füllen der Spülbäder

Mit dem einschalten der Stromversorgung beginnt der Sedimat das Wasserbad auf die eingestellte Temperatur zu erhitzen. Für die Versuchsdurchführung entsprechend DIN ISO 11277 beträgt diese 25°C. Den Füllstand des Temperierbades mindestens auf Höhe der 1000 ml - Markierung der Messzylinder bringen. Die min.- und max.- Markierung an der Badwandung bezieht sich auf eine sichere Funktion des Thermostaten. Sie soll nicht über- bzw. unterschritten werden.

Kontrollieren ob die Spülgefäße bis zum markierten Füllstand von 1000 ml mit Natriumdiphosphat-Gebrauchslösung gefüllt sind und gegebenenfalls auffüllen. Die Schwammhalterung mit Wasser füllen.

Die aus 4.3 hervorgegangenen, mit 1000 ml Suspension gefüllten Messzylinder auf die nummerierten Stellplätze im Wasserbad des Sedimat 4-12 stellen. Werden nicht alle 12 Stellplätze genutzt müssen die Messzylinder entsprechend der Nummerierung fortlaufend lückenlos eingesetzt werden, beginnend mit Stellplatz Nr. 1.

> **Achtung!**
>
> Proben mit einer Füllhöhe unter 970 ml vor Entnahme der ersten Fraktion werden vom Automaten ausgelassen!

Die Zeit vom Befüllen des ersten Zylinders bis zur Aufstellung des letzten (zwölften) Zylinders soll nicht länger als vier Stunden dauern.

Die gereinigten und mit einer Genauigkeit von 0,1 mg vorgewogenen Wägegläser für die Fraktionen F1 bis F4 in den Magazinen entsprechend der installierten Bodenproben anordnen.

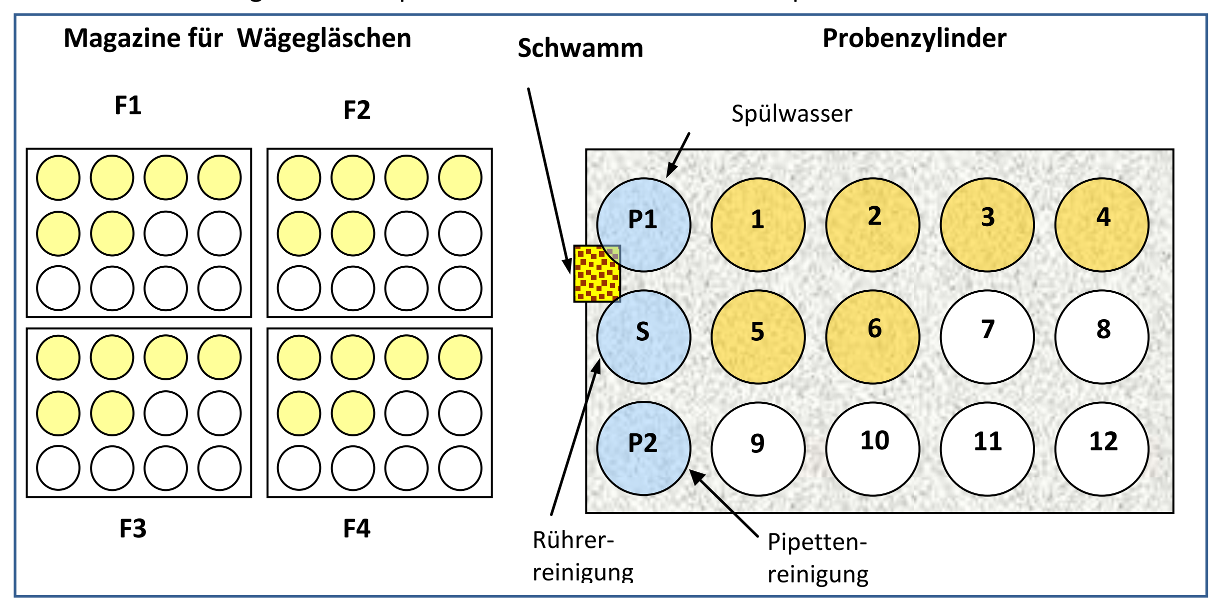



*Abb.1: Beispiel für die Anordnung der Messzylinder und der Wägegläschen bei sechs Proben*

Vor dem Start des Versuchs den Oberflächensensor mit einem feuchten Tuch abwischen und die Zylinder für die Reinigung und Spülwasser (in Abb. 1 blau markiert) auf einen korrekten Füllstand von 1000 ml destillierten Wassers prüfen. Insbesondere der Zylinder P1 zum nachspülen der Pipette, da hier während dem Versuchslauf aktiv Wasser entnommen wird. Dann den Sedimat entsprechend *Kapitel „6. Einschalten des SEDIMAT“* starten.

## 6. Einschalten des SEDIMAT

Um eine unzulässige Sedimentation der eingestellten Bodenproben zu verhindern, sollten die Proben nach mehr als 4 Stunden Standzeit vor Versuchsstart erneut geschüttelt beziehungsweise mit einem Rührprogramm begonnen werden.

**Achtung!**

**Vor dem Einschalten des Systems sind alle Hindernisse (z.B. Behälterabdeckungen) aus dem Arbeitsbereich zu entfernen! Es ist nochmals zu prüfen, ob alle Behälter exakt positioniert sind und der Füllstand im Temperierbad korrekt ist!**

- Zuerst Schalten Sie den System-Hauptschalter [1] im Steuerschrank und danach den Netzschalter der Maschinensteuerung [2] ein. Dann drücken Sie die „Power“ – Starttaste [3].

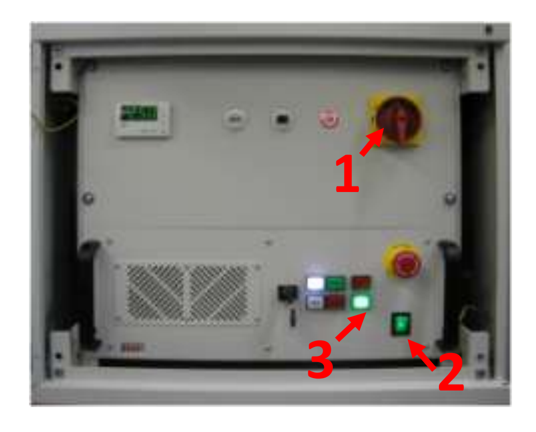



*Abb.2: Ansicht des Steuerschranks*

- Durch Drücken der Start-Taste des Systemcomputers werden das Betriebssystem und die Steuerungssoftware gestartet. Auf dem Monitor erscheint die Oberfläche der Maschinensteuerungssoftware ProNC:

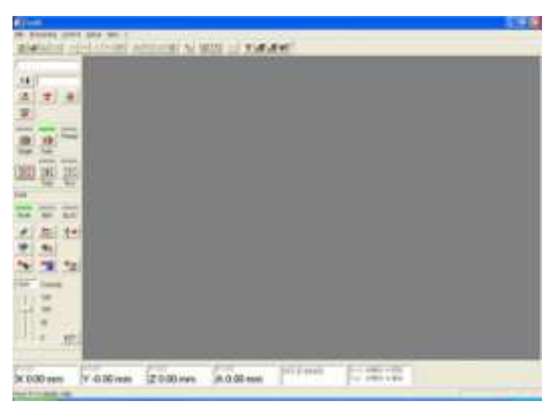


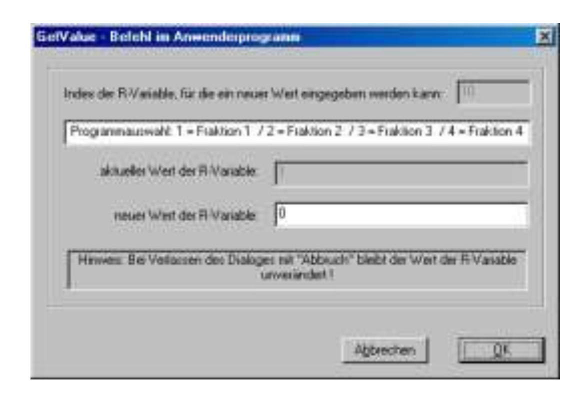
*Abb.3: Ansicht der Steuerungs-software ProNC*

- Wenn die Maschinensteuerungssoftware ProNC nicht automatisch Starten sollten, können Sie das Programm auch manuell über den Pfad *„Start/Programme/CNCWorkbench/ProNC starten“* starten.
- Kontrolle ob der Thermostat (Einstellungen siehe 8.1.1.) eingeschaltet ist.

Die Zuschaltung der Spannungsversorgung der peripheren Geräte erfolgt durch das System. Der Netzschalter am Thermostat kann daher immer eingeschalten bleiben.

- Kontrolle ob Pipette auf externe Steuerung (COM) eingeschalten ist (siehe 8.2.1.),
- Kontrolle ob sich 3 – 4 ml Wasser oberhalb des Pipettenkolbens befinden (siehe 8.2.2),
- Kontrolle des Füllstandes der Spülbehälter
- Kontrolle ob Schwamm feucht ist
- Mausklick auf „Ja“ für Referenzfahrt,
- Programmaufruf durch Mausklick auf „Run“ -Button ,
- Im folgenden Menu die Datei „DIN11277.CNC“ wählen und öffnen.

- **Programmauswahl - Dialog**
  Im Fenster Programmauswahl wählen Sie durch Eingabe einer Programmnummer den gewünschten Programmablauf.




**1:** **Fraktion 1 (DIN)**

**2:** **Fraktion 2 (DIN)**

**3:** **Fraktion 3 (DIN)**

**4:** **Fraktion 4 (DIN)**

Durch die Eingabe von Ziffernfolgen sind folgende Varianten möglich:

| | | | |
|---|---|---|---|
| 1234 – Frakt. 1 bis 4 | 123 – Frakt. 1 bis 3 | 12 – Frakt. 1 bis 2 | 1 – Frakt. 1 |
| 4123 – Fr. 4 u. 1 bis 3 | 234 – Frakt. 2 bis 4 | 23 – Frakt. 2 bis 3 | 2 – Frakt. 2 |
| | | 34 – Frakt. 3 bis 4 | 3 – Frakt. 3 |
| | | 14 – Frakt. 1 und 4 | 4 – Frakt. 4 |

**8:** **Zwischenrühren**
Extra-Rühr-Programm zum Aufrühren von Proben, die längere Zeit gestanden haben.

**10:** **Pipettenhöheneinstellung**

Die Pipette wird über das vordere Spülgefäß positioniert und fährt mit dem Sensor die Wasseroberfläche an. In dieser Stellung wird die Pipettenhöhe so eingestellt, dass die Pipettenspitze direkt auf der Wasseroberfläche liegt (siehe 8.2.2.).

**110:** **Zusatzprogramm für Volumenermittlung der Pipette**

Bei diesem Programm werden aus dem Spülzylinder P jeweils 10ml Wasser entnommen und in die Wägegläschen von Fraktion 1 abgelegt. Das tatsächlich pipettierte Volumen kann durch Wiegen kontrolliert werden (siehe 8.2.3.).

- **Eingabe „Erste Probe“** steht auf Position Nummer: ?
- **Eingabe „Letzte Probe“** steht auf Position Nummer: ?



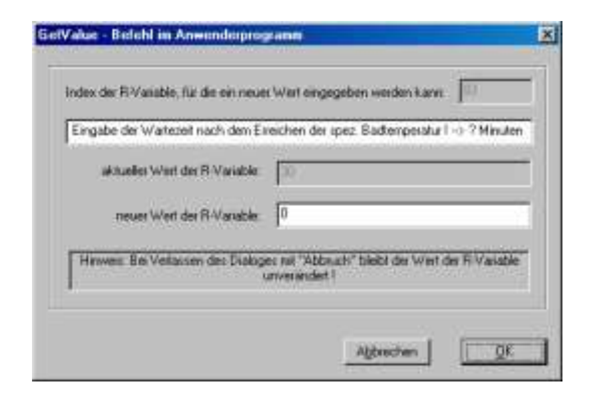

- **Abfrage** ob die Standardoptionen unverändert bleiben sollen.

  Hier klicken Sie nur dann auf <Nein>, wenn Sie den Standardwert für die Proben-durchwärmzeit (30 min) ändern wollen oder in Ausnahmefällen ohne den Oberflächen-sensor gearbeitet werden soll (fixe Tiefe).




- Dieses Fenster erscheint nur, wenn Sie die Bestätigung der Standardoptionen mit <Nein> quittierten!

  Eingabe der Wartezeit (in Minuten) nach dem Erreichen der Solltemperatur im Probenbad zum sicheren Durchwärmen der Proben. Der Standardwert beträgt 30 Minuten. Wenn Sie auf <Abbrechen> klicken, bleibt er erhalten. Wenn Ihre Proben bereits lange genug im temperierten Wasserbad stehen, können Sie hier 0 (Minuten) eingeben. Das System wird dann ohne Wartezeit mit der Probennahme beginnen. Sie können aber auch die Wartezeit vergrößern.




- das System initialisiert Rührer und Pipette und führt eine Reinigung der Pipette durch.

Die Probenahme startet automatisch, wenn die Solltemperatur im Probentemperierbad erreicht und über die vorgegebene Durchwärmzeit im Bereich +/- 0,4 K gehalten wurde.

**Achtung!**

Kontrollieren Sie vor dem Programm-Start die Bewegungsfreiheit der Achsen und Werkzeuge. Alle gewählten Probenpositionen und die Spülbäder müssen besetzt und dürfen nicht gedeckelt sein. Bei laufendem Programm darf im Bewegungsbereich der Achsen nicht hantiert werden. Schließen Sie während des Programmablaufs die Schutztüren.

**Über den Not-Aus-Taster kann der Ablauf abgebrochen werden.**

Der Not-Aus-Taster muss nach einer Betätigung zum Wiedereinschalten zunächst durch eine Drehung nach rechts entriegelt werden. Danach muss das Steuerungs-Programm durch Mausklick auf den Abbruch-Button im „ProNC“ abgebrochen werden. Die Prozedur kann nach Punkt 6 wieder neu begonnen werden.

**Hinweis!**

Sie haben die Möglichkeit (z.B. nach einem Abbruch) einen Programmablauf an einer beliebigen Probe zu starten. Eine eventuell nachfolgende Fraktion wird grundsätzlich mit der ersten Probe weitergeführt.
Beispiel: Sie geben als Programmwahl 234 für 2. bis 4. Fraktion an. Als erste Probe geben Sie z.B. eine 8 ein. Als letzte Probe geben Sie z.B. 11 ein, weil Sie nur elf Proben bestückt haben. Der Sedimat wird nun die Proben 8 bis 11 der 2. Fraktion, danach die Proben 1 bis 11 der 3. Fraktion und abschließend die Proben 1 bis 11 der 4. Fraktion nehmen.

# 7. Programmende

Bei Programmende erscheint auf dem Monitor die Meldung: „Procedure finished“. Pipette und Rührer parken in der Home-Position.

Nach dem Bestätigen durch Mausklick auf „Ok“ wird durch das Steuerungsprogramm abgefragt, ob Sie einen weiteren Programmdurchlauf starten oder abbrechen wollen.

Nach dem Abbruch schließen Sie die Steuerungsoberfläche „ProNC“, fahren das Betriebssystem herunter und schalten danach den Hauptschalter aus.

Die Magazine mit den pipettierten Fraktionen der untersuchten Proben können nun entnommen und in den Trockenschrank überführt werden.

# 8. Einstellungen

**Die folgend beschriebenen Einstellungen sind nur bei bestimmten Gegebenheiten notwendig.**

## 8.1. Temperaturregelung des Probentemperierbades

### 8.1.1. Thermostat

Das Einhängethermostat regelt mit hoher Konstanz die eingestellte Badtemperatur und sorgt für eine optimale Badumwälzung. Bei Auslieferung des Laborautomaten wurde die Solltemperatur auf 25 °C voreingestellt. Sollte eine Veränderung der Einstellungen notwendig sein, entnehmen Sie bitte die Einstellhinweise der mitgelieferten Gerätebeschreibung des Herstellers dieser Komponente.

Der Netzschalter des Gerätes kann immer eingeschalten bleiben, die Zuschaltung der Spannungsversorgung erfolgt durch das System.

Zur Arbeit bei Raumtemperaturen über 25°C ist die Installation eines Gegenkühlers notwendig.



#### 8.1.2. Kontrollkomparator

Über den installierten Temperatur-Kontrollkomparator überwacht das System die Badtemperatur. Der Komparator wurde auf die Solltemperatur (bei Auslieferung 25 °C) eingestellt. Nach dem Erreichen der Solltemperatur wird durch die Software die vorgegebene Wartezeit zum sicheren Durchwärmen der Proben realisiert. Bei einer Abweichung der Badtemperatur > 0,4 K vom Sollwert wird die Prozedur durch die Software abgebrochen. Dadurch wird vermieden, dass unbemerkte Temperaturschwankungen die Ergebnisse verfälschen. Nach dem Versuchsabbruch infolge von Temperaturschwankungen sollte der Versuch komplett neu begonnen werden. Um häufigen Versuchsabbrüchen vorzubeugen sollte der Sedimat in einem möglichst temperaturkonstanten Raum stehen.

### 8.2. Dispensoreinheit mit Pipette

#### 8.2.1. Funktionseinstellungen




Bitte beachten Sie die Informationen in der mitgelieferten Anleitung des Herstellers des Dispensers. Dies gilt besonders bei einem Wechsel der Hubeinheit (Tip).

Alle Einstellungen sowie Initialisierung, Referenzfahrt, Statuskontrolle und Fehlerüberwachung der Kolbenhub-Pipette erfolgen softwaregesteuert über die serielle Schnittstelle. Es ist allerdings dazu notwendig, vorab die Pipette manuell über die Tasten auf externe Steuerung zu stellen. Dies ist werkseitig voreingestellt und wird durch die Aufschrift „COM“ in der unteren rechten Displayecke angezeigt. Ist dies nicht der Fall, kann sollte diese Einstellung wiederhergestellt werden.

Dazu müssen Sie zunächst die linke Taste <Menü> für etwa 3 s gedrückt halten. Wenn die Anzeige im Display beginnt zu blinken, müssen Sie die linke <Menü> - Taste noch zweimal kurz drücken bis im Display „OFF“ erscheint. Jetzt drücken Sie einmal die obere oder untere Pfeil –Taste (▲, ▼) bis im Display „ON“ zu lesen ist. Schließen Sie die Eingabe durch Drücken der rechten <Enter> -Taste ab. Im Display wird nun rechts unten durch „COM“ die Freigabe der externen Steuerung angezeigt.

#### 8.2.2. Höhenabgleich der Pipette

Insbesondere nach einem Wechsel des Tips ist es erforderlich die exakte Lage der Pipettenspitze zum Oberflächensensor zu korrigieren.

Geben Sie nach dem Programmstart im Programmauswahl-Dialog die „10“ für Pipettenhöheneinstellung ein.

Die Pipette wird über dem Spülwasser in Gefäß P1 positioniert und fährt mit dem Sensor die Wasseroberfläche an. In dieser Stellung stellen sie die Pipettenhöhe so ein, dass die Pipettenspitze direkt auf der Wasseroberfläche liegt. Lösen sie hierfür die PG-Verschraubung am oberen Pipettenende, verschieben sie die Pipette und ziehen sie die Verschraubung wieder fest. Sollte der Höheneinstellbereich der Pipette nicht ausreichen, so haben Sie die Möglichkeit, durch Höhenverstellung des Sensors die exakte Justierung der Pipettenspitze zu erreichen.






Hubeinheit
(Tip)

PG-Verschraubung

- lösen
- Pipettenhöhe verstellen
- festziehen

**Achtung!**

Achten Sie bitte darauf, dass sich oberhalb des Pipettenhubkolbens immer 3 – 4 ml dest. Wasser zur Verschleißminderung befinden.

### 8.2.3. Korrektur des pipettierten Volumens

Das tatsächlich angesaugte Volumen kann mit dem „Zusatzprogramm für Volumenermittlung der Pipette“ kontrolliert werden.

Geben Sie nach dem Programmstart im Programmauswahl-Dialog die „110“ für „Volumenermittlung der Pipette“ ein. Bei diesem Programm werden aus dem Spülwasserzylinder P1 jeweils 10ml Wasser entnommen und in die Wägegläschen von Fraktion 1 abgelegt. Das tatsächlich pipettierte Volumen kann über eine Wägung ermittelt werden

Für eine Korrektur auf den Sollwert von 10ml befindet sich im Verzeichnis **C:** des Steuercomputers die Datei **P_Offset.txt.** In diese Datei kann mit dem Editor ein Korrekturwert zwischen –0.9ml ... 0.0ml ... +0.9ml in 0.1ml-Schritten eingetragen werden.

**Achtung!**

Beachten sie bei der Eingabe des Korrekturwertes bitte, dass als Dezimaltrennzeichen unbedingt ein Punkt [.] eingegeben werden muss.

## 8.3. Rühreinheit

Alle Einstellungen sowie Initialisierung, Statuskontrolle und Fehlerüberwachung der Rühreinheit erfolgen softwaregesteuert über die serielle Schnittstelle. Die Zuschaltung der Spannungsversorgung erfolgt durch das System.

## 9. Versuchsauswertung

Nach Programmende werden die Magazine mit den gefüllten Wägegläsern aus dem Sedimat entnommen, im Trockenschrank bei 105 °C getrocknet. Für eine einfache Handhabung können die Wägegläser mit dem kompletten Magazin in den Trockenschrank gestellt werden. Dies veringert auch die Verwechslungsgefahr einzelner Proben bzw. Fraktionen.

Anschließend die getrockneten Proben im Exsikkator abkühlen lassen und auf 0,1 mg genau wiegen.

### 9.1. Bestimmung der Menge des Dispergiermittels (Blindwert)

Die Masse des Dispergiermittels muss bekannt sein, da sie von der Masse der gewonnenen Pipettfraktionen abzuziehen ist.

Eine sehr genaue Herstellung der Natriumdiphosphatlösung vorausgesetzt, kann man den theoretischen Blindwert von 0,0067g für ein Volumen von 10 ml der verdünnten Lösung ansetzen.

Alternativ kann dieser Wert ermittelt werden, indem 25 ml des Dispergiermittels in einen KÖHN-Zylinder geben und mit Wasser auf 1 000 ml aufgefüllt werden. Die Lösung gut mischen, danach 1 h stehen lassen. Mindestens dreimal 10 ml entnehmen und in Wägegläser oder Bechergläser (nicht in Gefäße aus Aluminium) überführen, ebenso trocknen wie die Bodenproben, wägen, den Mittelwert der Wägeergebnisse bilden und notieren.

### 9.2. Berechnung

#### 9.2.1. Berechnung der Massen an Siebrückständen

Zur Ermittlung der Masse an Siebrückständen ($m_{rfp}$) und der mit der Pipette entnommenen Schwebstoffe, inkl. Dispergiermittel, der Fraktionen ($f_i$) von der Probe (p) die genannten Trockenmassen durch Bildung der Differenz aus Leergewicht der Siebe bzw. Abdampfschalen und dem Gewicht nach der Befüllung berechnen.

#### 9.2.2. Berechnung der Masse der Schlämmfraktionen, umgerechnet auf die Probeneinwaage

Die Masse der Schlämmfraktion $f_i$ einer Probe P ($m_{fip}$) in g, von der $m_B$ g lufttrockenes Material eingewogen, damit eine Suspension von $V_S$ ml hergestellt und daraus $V_P$ ml mit der Pipette für die Bestimmung entnommen wurden, ist nach Gleichung (1) zu berechnen:

$$m_{fip} = (m_{sfp} - m_{dm}) \bullet \frac{V_S}{V_P} \text{ [g]} \qquad (1)$$



$m_{sfp}$ = Trockenmasse der mit der Pipette entnommenen Schwebstoffe, inkl. Dispergiermittel in g

$m_{dm}$ = Masse des Dispergiermittels, ermittelt nach 9.1, das in der entnommenen Bodensuspension enthalten ist, in g; Standard sind 0,0067 g

$V_S$ = Volumen der Bodensuspension in ml; Standard sind 1000 ml

$V_P$ = Volumen der mit der Pipette entnommenen Bodensuspension in ml; Standard sind 10 ml

Die Art der Bestimmung der Schlämmfraktionen bedingt, dass in den Massen der gröberen Fraktionen diejenigen der feineren Fraktionen mit enthalten sind.

Bei Ermittlung mehrerer Kornfraktionen von der gleichen Probe ist also die Masse der feineren Fraktion von der Masse der gröberen abzuziehen, um die Differenzfraktion zu erhalten.

**Beispiel:**

Von einer Bodenprobe seien die Massen der Fraktionen <0,063 mm ($m_{f1}$), <0,020 mm ($m_{f2}$), <0,006 mm ($m_{f3}$) und <0,002 mm ($m_{f4}$) ermittelt worden.

Damit ergeben sich folgende Massen (md) für die Differenzfraktionen:

$m_d$ (0,020 bis 0,063 mm, Grobschluff) $= m_{f1} - m_{f2}$

$m_d$ (0,006 bis 0,020 mm, Mittelschluff) $= m_{f2} - m_{f3}$

$m_d$ (0,002 bis 0,006 mm, Feinschluff) $= m_{f3} - m_{f4}$

$m_d$ (< 0,002 mm, Ton) = mf4

## 9.3. Massenanteile der Kornfraktionen

### 9.3.1. Wenn alle relevanten Kornfraktionsmassen ermittelt sind

Aus den nach 9.2 ermittelten Massen der Siebfraktionen ($m_{rfp}$) sowie den Massen der Differenzfraktionen ($m_d$) wird die Summe ($\sum m_{kf}$) gebildet. Sie entspricht der Masse der eingesetzten Gesamtprobe abzüglich der Masse der entfernten organischen Substanz und der Salze, wobei verlustfreies Arbeiten vorausgesetzt wird.

Die Massenanteile der Kornfraktionen ($w_{kf}$) werden ddaraufhin nach Gleichung (2) berechnet:

$$w_{kf} = \frac{m_x \cdot 100}{\sum m_{kf}} \text{ [\%]} \qquad (2)$$

$m_x$ = Masse der jeweiligen Sieb- oder Differenzfraktion in g

$\sum m_{kf}$ = Summe der ermittelten Kornfraktionsmassen in g

#### 9.3.2. Wenn nur eine oder nur ein Teil der Kornfraktionen zu ermitteln ist

Aus den nach 9.2 ermittelten Massen der Siebfraktionen ($m_{rfp}$) und/oder Schlämmfraktionen ($m_{sfp}$) und/oder der Differenzfraktionen ($m_d$) den Massenanteil der jeweiligen Fraktion in % nach Gleichung (3) berechnen zu:

$$w_{kf} = m_x \bullet \frac{w_{mt}}{m_E} \ [\%] \qquad (3)$$

$m_x$ = Masse der jeweiligen Sieb- oder Schlämm- oder Differenzfraktion in g

$m_E$ = Einwaagemasse der eingesetzten lufttrockenen Probe in g

$w_{mt}$ = Trockenmasseanteil der eingesetzten lufttrockenen Probe in %

### 9.4. Standardabweichung

Wird die gleiche Probe mehrfach eingewogen und untersucht, darf die absolute Differenz zwischen den Parallelen vom Mittelwert bei Ton und Feinschluff 0,25 g und bei Mittel- und Grobschluff 0,50 g nicht übersteigen. Bei Überschreitungen sind Ausnahmen möglich, wenn die Proben heftige Oxidationsreaktionen aufwiesen oder mehrfache Waschungen erforderlich waren.

## 10. Häufige Ursachen für Bestimmungsfehler

- Erschütterungen während der Sedimentation
- Unvollständige quantitative Überführung in die Sedimentierzylinder bzw. in die Abdampfschalen
- Konvektionsströme im Sedimentierzylinder, verursacht z.B. durch Temperaturschichtungen
- Uneinheitliche Behandlung der Restmenge in der Pipette oder anhaftender Tropfen
- Rückfluss zu viel angesaugter Suspension
- Ungenaue Einwaage des Dispergiermittels
- Vergessen des Blindwertes bei der Berechnung

## 11. Technische Daten

- **Geräteabmessungen**

| | | |
|---|---|---|
| Breite | : | 1,69 m |
| Breite mit seitlichen montierten Monitor | : | 1,76 - 2,08 m |
| Tiefe | : | 0,86 m |
| Höhe | : | 1,91 m |

- **Gesamtmasse (betriebsbereit)** : ca. 400 kg
- **Anschlusswerte**

| | | |
|---|---|---|
| Elektroanschluss | : | CEE16, 16 A 3 N/PE AC 380 V / 50 Hz |

**Programmlaufzeiten bei 12 Proben und 30 Minuten Probendurchwärmzeit auf 25°C:**

| | **DIN ISO 11277** | **ASTM** |
|---|---|---|
| **Fraktion 1 : ..............** | ca. 1.5 h | ca. 1.5 h |
| **Fraktion 2 : ..............** | ca. 2 h, 10 min | ca. 8 h |
| **Fraktion 3 : ..............** | ca. 2 h | |
| **Fraktion 4 : ..............** | ca. 8 h | |
| **Fraktion 1 bis 4(2) : ..** | ca. 11 h 45 min | ca. 9 h |

**durch das Programm realisierte Sedimentationszeiten:**

| | **DIN ISO 11277** | | | **ASTM** | |
|---|---|---|---|---|---|
| **Fraktion 1 : ...........** | 49 | s | **(Tiefe 20 cm)** | 80 s | **(Tiefe 20 cm)** |
| **Fraktion 2 : ...........** | 04:07 | min | **(Tiefe 10 cm)** | 06:52:50 h | **(Tiefe 10 cm)** |
| **Fraktion 3 : ...........** | 45:52 | min | **(Tiefe 10 cm)** | | |
| **Fraktion 4 : ...........** | 06:52:50 h | | **(Tiefe 10 cm)** | | |

## 12. Service und Wartung

Um eine zuverlässige Funktionsweise des Gerätes sicher zustellen sollten folgende Wartungs- und Reinigungsintervalle beachtet werden.

- Einmal pro Woche, Reinigung der Rührwelle, Pipette und des Oberflächensensors mit destilliertem Wasser
- Einmal pro Jahr, Wartung durch den Hersteller
  - Im Zuge dieser Wartung können die Rührwelle und das Pipetten-Tip getauscht werden.